

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09003182 A**

(43) Date of publication of application: 07 . 01 . 97

(51) Int. Cl.

C08G 63/90

(21) Application number: 97158028

(22) Date of filing: 22 . 06 . 95

(71) Applicant: **TEIJIN LTD**(72) Inventor: **SAEGUSA SHINJI
SATO KIMHIKO**

(54) TREATING METHOD OF POLYETHYLENE
TEREPHTHALATE OBTAINED BY SOLID-PHASE
POLYMERIZATION

(57) Abstract:

PURPOSE: To reduce the formaldehyde(FA) and
acetaldehyde(AA) contents of a polyethylene
terephthalate and the amounts of FA and AA reproduced

during molding.

CONSTITUTION: A polyethylene terephthalate obtained
by solid-phase polymerization is dried in a
hydrogen-containing inert gas stream in the absence of
oxygen. This technique can reduce the FA and AA
contents of the article after molding.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-3182

(43)公開日 平成9年(1997)1月7日

(51)IntCl ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C08G 63/90	NLT		C08G 63/90	NLT

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全3頁)

(21)出願番号	特願平7-156028	(71)出願人	000003001 帝人株式会社 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号
(22)出願日	平成7年(1995)6月22日	(72)発明者	三枝 伸司 愛媛県松山市北吉田町77番地 帝人株式会社松山事業所内
		(72)発明者	佐藤 公彦 愛媛県松山市北吉田町77番地 帝人株式会社松山事業所内
		(74)代理人	井理上 前田 純博

(54)【発明の名称】 固相重合されたポリエチレンテレフタレート処理方法

(57)【要約】

【目的】 ポリエチレンテレフタレート中のホルムアルデヒド(FA)やアセトアルデヒド(AA)含有量及び成形時の再生成されるFA及びAAを低減すること。

【構成】 固相重合したポリエチレンテレフタレートに酸素の不存在下、水素を含有する不活性気体気流中で乾燥させる方法により成形後の製品のFAやAAを低減できる。

(2)

特開平9-3182

【特許請求の範囲】

【請求項1】 酸素の不存在下かつ水を含有する不活性気体気流下で乾燥させることを特徴とする固相重合されたポリエチレンテレフタレート処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は固相重合されたポリエチレンテレフタートベレット（チップ）の乾燥処理方法に関し、更に詳しくは酸素の不存在下、水を含有する不活性気体で乾燥を行い、かつこれによりチップ中のホルムアルデヒド（以下FAと略記することがある）及びアセトアルデヒド（以下AAと略記することがある）を低減させ、また溶融成形時再生成されるFA及びAA量を低減させることを特徴とする固相重合されたポリエチレンテレフタレート処理方法に関する。

【0002】

【従来技術とその問題点】 近年、ポリエチレンテレフタレートを中心とするポリエステル製容器は、その優れた透明性、卓越した力学特性、均衡のとれたガスバリア性及び優れた耐生性に着目され、醤油、ソース、食油、ジュース、ビール、炭酸飲料等の食品容器や洗剤、化粧品、医薬品等の容器に使用され、目覚ましい展開がなされている。しかし、エチレンテレフタレートの主たる繰返し単位とするポリエステルは、ポリエステルの溶融重合時に副生するFAやAAをベレット中に包含している。そして、このベレットがビンやフィルム等の容器に成形された際に残存するFAやAAに加え、成形加工時にもFAやAAが再生され、しかも容器材質中に封じ込まれる結果、このビンやフィルム容器に炭酸飲料、食用油、ジュース等の液体食品を充填すると、これら液体食品中にFA及びAAが溶出し、味や匂いに影響を及ぼすという弊害が生じ、ポリエステル容器の大きな欠点になっている。

【0003】 本発明者等はこのような欠点のないポリエチレンテレフタレート処理する方法について検討した結果、FA及びAA含有量が少なく、しかも溶融成形時に再生成されるFA及びAA量の少ない固相重合されたポリエチレンテレフタレートを得るための乾燥方法を見だし、本発明に到達した。

【0004】

【発明の構成】 本発明は固相重合されたポリエチレンテレフタレート（以下PETと略記することがある）のベレット等を、酸素の不存在下、水を含有する不活性気体気流下で乾燥させることからなるPETの処理方法である。

【0005】 この乾燥は酸素の不存在下、水の存在する不活性気体気流下で行う。

【0006】 不活性気体中における酸素量は全気体中0.1mol%以下を実質的不存在下という。酸素量が0.1mol%を超えると、チップ中のFA、AA、再

生FA、再生AAは低減せず好ましくない。

【0007】 不活性気体に占める水素量は全気体中0.1mol%以上、96mol%以下、好ましくは0.1mol%以上、70mol%以下である。水素量が0.1mol%未満であるとAA、FA及び再生AA、再生FAは低減せず、96mol%を超えると爆発の危険があり好ましくない。他の不活性気体については、窒素、アルゴン、ネオン等が挙げられるが中でも窒素が好ましい。

【0008】 全気体の使用量は、チップ1kg当たり常圧では1～500リットル/min、好ましくは1～300リットル/minであり、真空中では真空度を保ち得る量であれば支障はない。また乾燥機は通常用いられる乾燥装置を用いることができ、バッチ式、連続式のどちらでも良い。

【0009】 乾燥温度は常温から180℃が好ましい。乾燥温度が180℃を超えると、再び固相重合され、固有粘度が上昇し、品質変化が起こり好ましくない。

【0010】 乾燥時間は、ポリエチレンテレフタレートチップを熱劣化させない範囲で行われ、好ましくは1～30時間である。

【0011】 本発明のポリエチレンテレフタレートは溶融重合を経たプレポリマーを少なくとも一段の固相重合工程で重合したものであり、その固相重合方法に関しては従来から蓄積された技術により製造することができる。

【0012】

【実施例】 以下実施例により、本発明を補説する。

(1) 固有粘度(IV)

フェノール/テトラクロロエタン(60/40重量比)混合溶媒を用い35℃で測定した溶液粘度から算出した。

(2) ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド

液体N₂中で試料を粉碎し容器に入れ、水を加え、150℃のオイルバス中で2時間抽出処理を行った。抽出液の濃度を高感度ガスクロマトグラフで定量化し、ppmで示した。

【0013】 [実施例1] 220℃で10時間真空中で固相重合されたポリエチレンテレフタレート（固有粘度0.75dl/g）を容積100リットルの乾燥機に10kg入れ窒素/水素が999/1（モル比）となる気流下で10リットル/minの流量で150℃の温度条件のもと5時間乾燥した。

【0014】 [実施例2～3] 窒素/水素比を変えた以外は実施例1と同じ処理を行った。

【0015】 [実施例4] 不活性気体の総流量を変えた以外は、実施例1と同じ処理を行った。

【0016】 [実施例5～6] 乾燥温度と時間を変えた以外は実施例1と同じ処理を行った。

【0017】 [比較例1～3] 不活性気体に水素を含

(3)

特開平9-3182

ないあるいは酸素を含有した以外は、実施例1と同じ処理を行った。

【0018】【比較例4及び5】乾燥温度を190℃に変え、あるいは乾燥時間を50時間にした以外は実施例1と同様な処理を行った。

【0019】以上の実施例1～6及び比較例の結果を表1に示した。

【0020】

【表1】

	乾燥条件					チップ品質			成形品	
	不活性気体				温度(℃) ×時間(hr)	IV	FA (ppm)	AA (ppm)	FA (ppm)	AA (ppm)
	H ₂	N ₂	O ₂	流量 (l/min)						
実施例1	0.1	99.9	<0.1	10	150×5	0.75	<0.001	0.8	3.1	8.2
2	1.0	99.0	"	"	"	"	"	0.5	2.2	6.8
3	50	50	"	"	"	"	"	0.4	1.3	4.3
4	0.1	99.1	"	30	"	"	"	"	2.1	6.5
5	"	"	"	10	50×5	"	"	0.9	3.3	8.7
6	"	"	"	"	150×15	"	"	0.4	2.4	7.0
比較例1	—	100	<0.1	10	150×5	0.75	<0.001	1.6	5.8	13.0
2	—	99	1	"	"	0.74	0.2	5.7	18.4	44.0
3	1	98	1	"	"	"	0.1	3.6	15.3	38.0
4	0.1	99.1	<0.1	"	180×5	0.78	<0.001	0.8	3.1	6.2
5	"	"	"	"	150×50	0.77	"	0.5	2.4	7.1

【0021】表1より、本発明のポリエチレンテレフタレートの前乾燥処理により、成形品のホルムアルデヒド(FA)やアセトアルデヒド(AA)の含有率が低減していることが判った。

【0022】

【発明の効果】本発明は酸素の不存在下、水を含有す

る不活性気体により固相重合されたポリエチレンテレフタレートの前乾燥方法に関するものであり、これによりチップ中のFA及びAAを低減せしめ、かつ溶融成形時再生性されるFA及びAAをも低減させることができる処理方法として極めて有効である。